

Министерство образования и науки РФ

ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет  
имени первого Президента России Б.Н. Ельцина»

УДК 535.37

УТВЕРЖДАЮ  
Проректор по науке  
\_\_\_\_\_ Кружаев В.В.  
«\_\_\_» \_\_\_\_\_ 2013

ОТЧЕТ  
О НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОЙ РАБОТЕ

В рамках выполнения п.2.1.1.1 Плана реализации мероприятий Программы развития УрФУ  
на 2013 год

ПО ТЕМЕ:  
ОЦЕНКА ПАРАМЕТРОВ СТИМУЛИРОВАННОГО СВЕЧЕНИЯ КИСЛОРОД-  
ВАКАНСИОННЫХ ЦЕНТРОВ В ОБЛУЧЕННЫХ МОНОКРИСТАЛЛАХ AlN  
(Заключительный)

Договор возмездного оказания услуг (выполнения работ, на создание произведения)  
№2.1.1.1/46

Зав.кафедрой

\_\_\_\_\_  
(подпись, дата)

Вайнштейн И.А.

Научный руководитель

\_\_\_\_\_  
(подпись, дата)

Вайнштейн И.А.

Исполнитель

\_\_\_\_\_  
(подпись, дата)

Чайкин Д.В.

Екатеринбург 2013

## РЕФЕРАТ

1. ФИО автора: Чайкин Дмитрий Витальевич
2. Аннотация: Целью НИР является разработка программно-аппаратного модуля для автоматизации измерительного канала по исследованию ТЛ-процессов в облученных широкозонных материалах. Измерение и анализ спектров свечения и возбуждения ФЛ образцов монокристаллов AlN при температуре жидкого азота. Для автоматизации использована платформа PXI-1042Q с контроллером PXI-8108 и платой сбора данных М-серии PXI-6259, а также среда графического программирования LabVIEW 2010, драйвера DAQmx 9.3.0 и модуль PID and Fuzzy Logic Toolkit. Рассмотрены физические и теоретические основы ТЛ, а также оборудование для ее исследования. Разработана и реализована структурная схема ТЛ-канала. Создан виртуальный прибор «ТЛ» для автоматизированного управления исследовательской установкой и сохранения экспериментальных данных. Проведены тестовые измерения по настройке ПИД-регулятора и определены его оптимальные коэффициенты для режимов линейного нагрева и термостатирования. Проанализированы и статистически обработаны экспериментальные температурные зависимости. Проведены измерения спектров свечения и возбуждения ФЛ монокристаллов AlN и выполнен предварительный анализ полученных результатов.
3. Ключевые слова: ПИД-регулирование, линейный нагрев, термостатирование, нитрид алюминия, фотолюминесценция
4. Тема отчета: Оценка параметров стимулированного свечения кислород-вакансионных центров в облученных монокристаллах AlN

## ABSTRACT

1. Surname, name, patronymic of author: Chaikin Dmitrii Vitalievich
2. Abstract: The aim of the research work is to develop software-hardware module for automation of the measuring channel of the thermoluminescence in irradiated wide band gap materials. Measurement and analysis of photoluminescence emission and excitation spectra of AlN single crystal samples at liquid nitrogen temperature.  
Chassis PXI-1042Q with controller PXI-8108, DAQ board M-series PXI-6259, graphic programming environment LabVIEW 2010, driver DAQmx 9.3.0 and PID and Fuzzy Logic Toolkit were used for atomization. Physical and theoretical principles of thermoluminescence and instruments for its researching were considered. The structural scheme of the TL-channel was developed and implemented. The virtual instrument «TL» for automatic control of the research installation and storage of the experimental data was created. Test measurements on the PID-controller adjustment were carried out and its optimum coefficients for linear heating and thermostating were determined. The experimental temperature dependences were analyzed. Photoluminescence emission and excitation spectra of AlN single crystals have been measured and the preliminary analyze of the results has been made.
3. Key words: PID-controlling, linear heating, thermostating, aluminum nitride, photoluminescence
4. Subject report: Estimation of parameters of stimulated emission of oxygen-vacancy centers in irradiated single crystals of AlN

## СОДЕРЖАНИЕ

РЕФЕРАТ.....	2
ABSTRACT .....	3
СОДЕРЖАНИЕ.....	4
ОБОЗНАЧЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ.....	5
ВВЕДЕНИЕ .....	6
1 ПРИМЕНЕНИЕ ПРОГРАММНО-АППАРАТНОГО МОДУЛЯ.....	7
1.1 Режим линейного нагрева .....	7
1.1.1 Настройка параметров ПИД-регулятора .....	7
1.1.2 Анализ кривых линейного нагрева .....	8
1.2 Режим термостатирования.....	10
1.2.1 Настройка параметров ПИД-регулятора .....	10
1.2.2 Анализ кривых термостатирования .....	12
2 ФОТОЛЮМИНЕСЦЕНЦИЯ НИТРИДА АЛЮМИНИЯ .....	14
2.1 Спектры свечения ФЛ .....	14
2.2 Спектры возбуждения ФЛ .....	15
СПИСОК ПУБЛИКАЦИЙ ПО ИТОГАМ ИССЛЕДОВАНИЯ .....	16
ЗАКЛЮЧЕНИЕ.....	17
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ .....	18
ПРИЛОЖЕНИЕ А Оттиски первых страниц статьи и тезиса .....	19
ПРИЛОЖЕНИЕ Б Свидетельства о государственной регистрации программ .....	21

## ОБОЗНАЧЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ

ПИД-регулятор – пропорционально-интегрально-дифференциальный регулятор

ТЛ - термолюминесценция

ФЛ – фотолюминесценция

AlN (aluminum nitride) – нитрид алюминия

PXI (compactPCI eXtension for Instrumentation) – расширение шины CompactPCI для использования в инструментальных системах

## ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время термолюминесценция широко используется в спектроскопии при изучении фундаментальных свойств широкозонных материалов. Позволяет количественно оценить энергетические и кинетические параметры глубоких центров захвата носителей заряда. Различные методики ТЛ нашли свое практическое применение в археологическом и геологическом датировании, реализованы в коммерческих системах индивидуального дозиметрического контроля и решают многие задачи твердотельной дозиметрии ионизирующих излучений [1].

Большой фундаментальный и практический интерес представляет изучение радиационно-оптических свойств нитрида алюминия вследствие его широкого применения в качестве материала оптоэлектроники [2]. Исследования также показали возможность использования AlN в качестве базовой твердотельной среды для создания высокочувствительных оптически стимулированных и ТЛ детекторов УФ-излучения [3].

# 1 ПРИМЕНЕНИЕ ПРОГРАММНО-АППАРАТНОГО МОДУЛЯ

## 1.1 Режим линейного нагрева

Для реализации режимов линейного нагрева и термостатирования в программной части модуля необходимо задать оптимальные коэффициенты ПИД-регулирования.

Данная глава посвящена настройке параметров ПИД-регулятора и выбору оптимальных параметров для режима линейного нагрева и термостирования по результатам статистической обработки экспериментальных данных.

### 1.1.1 Настройка параметров ПИД-регулятора

Для настройки работы программно-аппаратного модуля в режиме линейного нагрева были измерены температурные зависимости в диапазоне 20 – 300 °С при скоростью нагрева 2 °С/с. В качестве настроечных параметров были выбраны коэффициенты ПИД-регулирования: пропорциональный  $K_c$ , интегральный  $T_i$  и дифференциальный  $T_d$ . Дифференциальная составляющая пропорциональна темпу изменения отклонения регулируемой величины и предназначена для противодействия отклонениям от целевого значения, которые прогнозируются в будущем. В нашем случае процесс, плавно изменяющийся и можно принять  $T_d = 0$ . Параметры варьировались на двух уровнях: коэффициент  $K_c$  принимал значения 1 – 5 и  $T_i$  изменялся 0,1 – 0,001. Для измерений были выбраны крайние и средние значения диапазонов. На рисунке 1 приведены температурные кривые в режиме линейного нагрева для пяти комбинаций коэффициентов ПИ-регулирования.

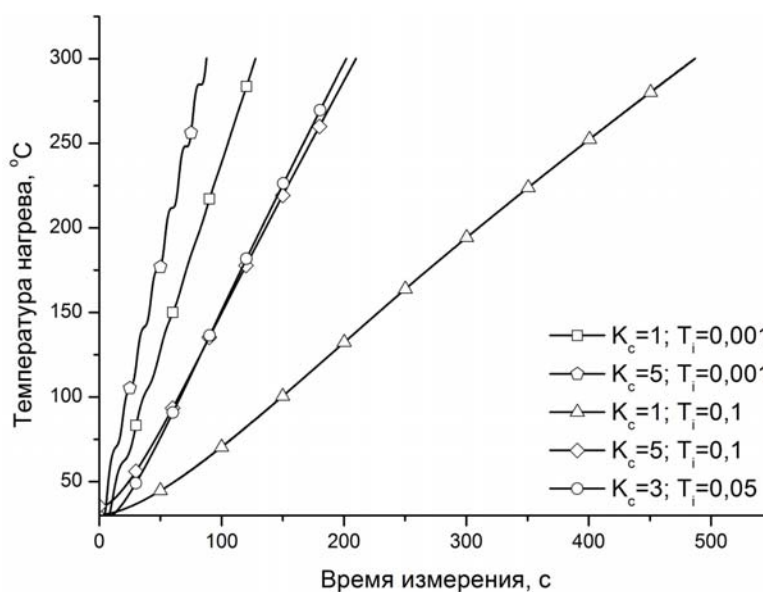


Рисунок 1 – Зависимости  $T(t)$  для линейного нагрева при варьировании коэффициентов ПИ-регулирования

По полученным зависимостям видно, что с увеличением  $K_c$  и уменьшением  $T_i$  возрастает мощность, подаваемая на нагреватель, и процесс становится колебательным. С увеличением значения  $T_i$  возрастает время интегрирования, и процесс нагрева становится близким к линейному. В средних значениях диапазонов коэффициентов ПИ-регулирования зависимость также близка к линейной и практически накладывается на кривую  $K_c = 5$  и  $T_i = 0,1$ .

Результаты обработки кривых представлены в таблице 1. В первом столбце приведены комбинации коэффициентов ПИ-регулирования, во втором столбце указана заданная скорость нагрева, в третьем по наклону аппроксимирующих прямых получена фактическая скорость нагрева, в четвертом – точность, с которой линейно описаны точки экспериментальных кривых.

Таблица 1 – Параметры экспериментальных кривых ПИ-регулирования для линейного нагрева

Коэффициенты $K_c; T_i$	Скорость $\beta_{\text{зад}}, ^\circ\text{C}/\text{с}$	Скорость $\beta_{\text{факт}}, ^\circ\text{C}/\text{с}$	Точность $R^2$	Отклонение $\beta_{\text{факт}}$ от $\beta_{\text{зад}}, \%$
1	2	3	4	5
1; 0,001	2	$2,215 \pm 0,001$	0,9997	10,8
5; 0,001		$3,109 \pm 0,007$	0,9960	55,5
1; 0,1		$0,598 \pm 0,001$	0,9994	70,1
5; 0,1		$1,384 \pm 0,001$	0,9999	30,8
3; 0,05		$1,482 \pm 0,001$	0,9999	25,9

По данным таблицы 1 видно, что разброс значений  $\beta_{\text{факт}}$  во всех комбинациях минимален кроме случая  $K_c = 5$  и  $T_i = 0,001$ . Точность аппроксимации точек всех экспериментальных кривых высокая ( $R^2 > 0,999$ ) кроме комбинации  $K_c = 5$  и  $T_i = 0,001$ . Минимальное отклонение  $\beta_{\text{факт}}$  от  $\beta_{\text{зад}}$  (10,8 %) наблюдается при  $K_c = 1$  и  $T_i = 0,001$ . Во всех остальных случаях наблюдается рост отклонения  $\beta_{\text{факт}}$  от  $\beta_{\text{зад}}$ . Оптимальными коэффициентами, обеспечивающими высокую линейность и небольшое отклонение фактического значения скорости нагрева от заданного является  $K_c = 3$  и  $T_i = 0,05$ .

#### 1.1.2 Анализ кривых линейного нагрева

При оптимальных значениях коэффициентов ПИ-регулирования  $K_c = 3$  и  $T_i = 0,05$  были измерены зависимости температуры нагревательного стола от времени при варьировании скорости нагрева: 0,1, 0,5, 1, 2, 3, 4, 5 и 10  $^\circ\text{C}/\text{с}$ .

На рисунке 2 приведена типичная кривая линейного нагрева в диапазоне 20 – 500  $^\circ\text{C}$  при скорости нагрева 2  $^\circ\text{C}/\text{с}$ . Видно, что в начальный момент времени скорость нагрева



изменяется нелинейно. Далее начиная с 75 °С закон изменения скорости нагрева близок к линейному. С учетом выше сказанного для аппроксимации был выбран диапазон температур 75 – 500 °С. Все полученные зависимости аппроксимировались прямой (рисунок 3).

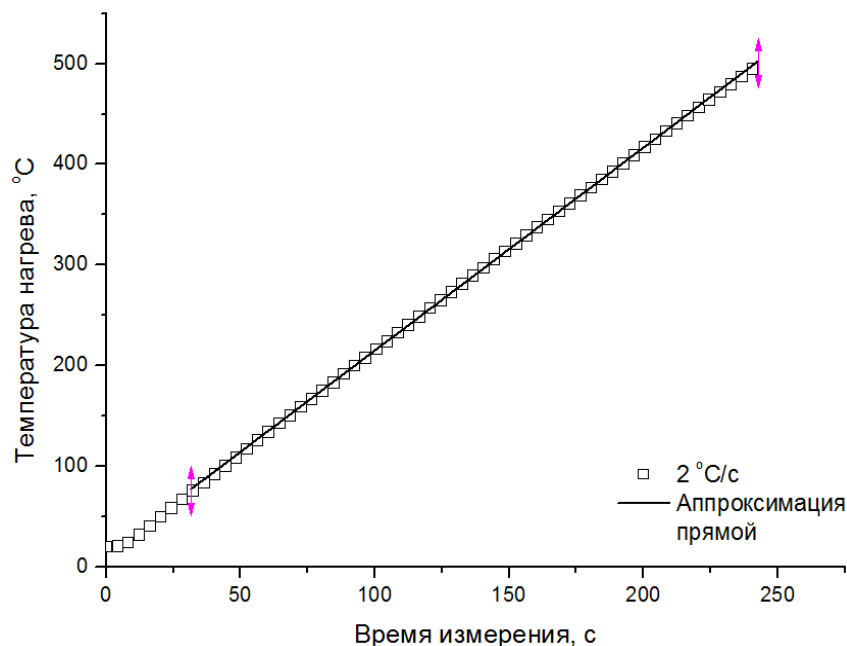


Рисунок 2 – Зависимости  $T(t)$  при  $\beta = 2\text{ °С/с}$

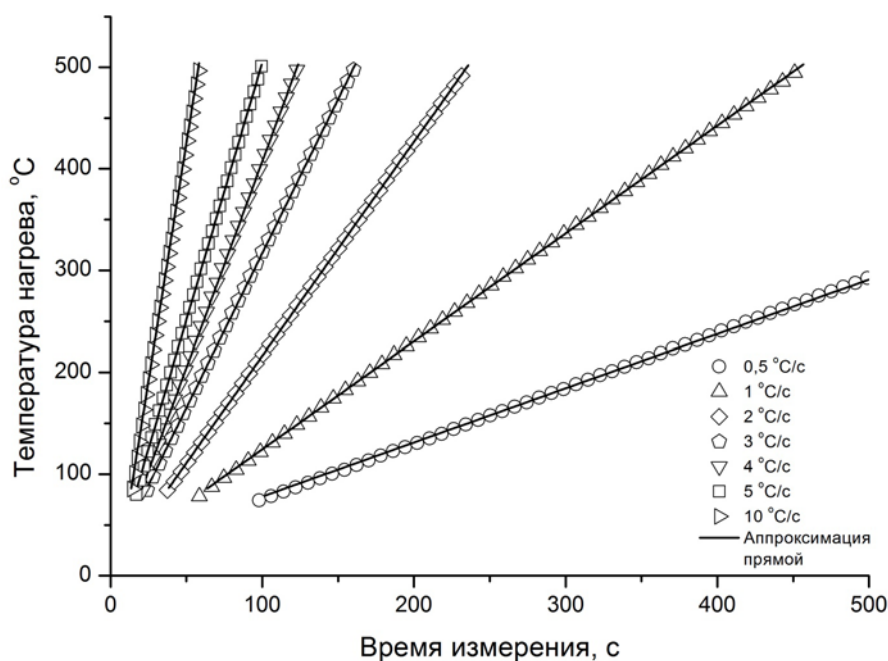


Рисунок 3 – Зависимости  $T(t)$  при варьировании скорости нагрева

Результаты обработки кривых представлены в таблице 2. Во втором столбце приведена заданная скорость нагрева, в третьем по наклону аппроксимирующих прямых получена фактическая скорость нагрева, в четвертом – точность линейного описания точек экспериментальных кривых.

Таблица 2 – Параметры экспериментальных кривых линейного нагрева

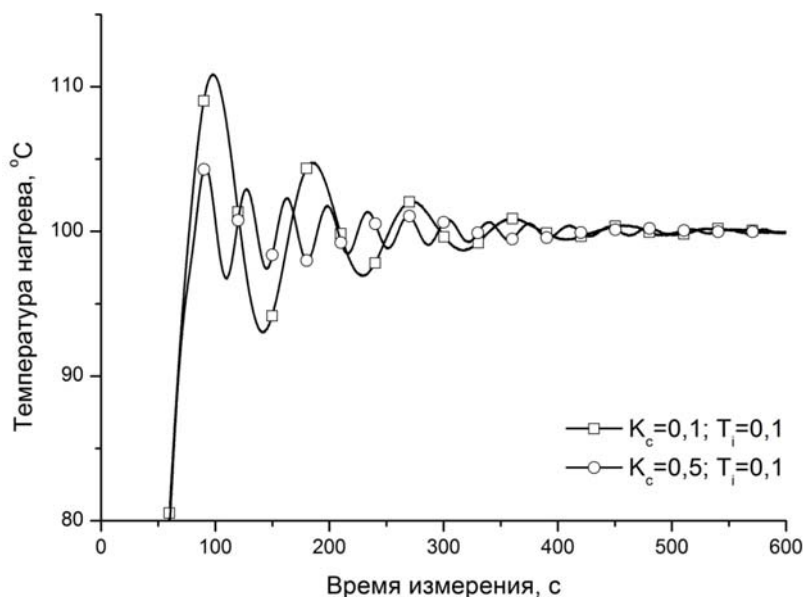
№ измерения	Скорость $\beta_{\text{зад}}, ^\circ\text{C}/\text{с}$	Скорость $\beta_{\text{факт}}, ^\circ\text{C}/\text{с}$	Точность $R^2$	Отклонение $\beta_{\text{факт}}$ от $\beta_{\text{зад}}, \%$
1	2	3	4	5
1	0,1	$0,090 \pm 0,001$	0,9998	10,0
2	0,5	$0,533 \pm 0,001$	0,9998	6,6
3	1,0	$1,061 \pm 0,001$	0,9999	6,1
4	2,0	$2,104 \pm 0,001$	0,9999	5,2
5	3,0	$3,033 \pm 0,001$	0,9999	1,1
6	4,0	$4,053 \pm 0,001$	0,9999	1,3
7	5,0	$5,059 \pm 0,002$	0,9998	1,2
8	10,0	$9,346 \pm 0,010$	0,9995	6,5

По данным таблицы 2 видно, что разброс значений  $\beta_{\text{факт}}$  в измерениях 1 – 6 минимален. Точность аппроксимации точек всех экспериментальных кривых высокая ( $R^2 > 0,999$ ). Оптимальными скоростями нагрева с точки зрения отклонения  $\beta_{\text{факт}}$  от  $\beta_{\text{зад}}$  являются 1, 2, 3 4 и 5  $^\circ\text{C}/\text{с}$ . При использовании  $\beta$  больше или меньше оптимальных значений наблюдается рост отклонения  $\beta_{\text{факт}}$  от  $\beta_{\text{зад}}$ .

## 1.2 Режим термостатирования

### 1.2.1 Настройка параметров ПИД-регулятора

Для настройки работы программно-аппаратного модуля в режиме термостатирования были измерены температурные зависимости для 100  $^\circ\text{C}$ . Коэффициенты ПИД-регулирования варьировались на двух уровнях: коэффициент  $K_c$  принимал значения 0,1 – 0,5 и  $T_i$  изменялся 0,1 – 1, а  $T_d = 0$  (раздел 1.1.1). Измерения проводились аналогично режиму линейного нагрева. На рисунке 4 приведены температурные кривые в режиме термостатирования для пяти комбинаций коэффициентов ПИ-регулирования.



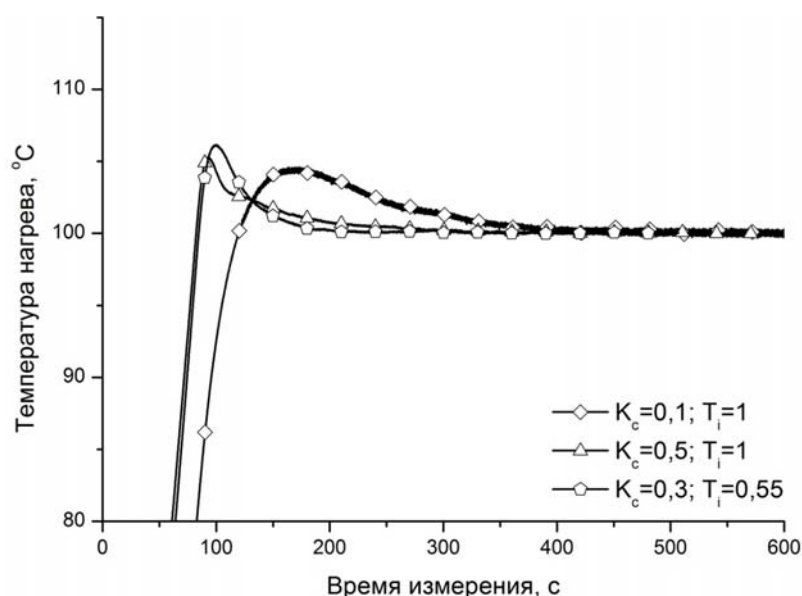


Рисунок 4 - Зависимости  $T(t)$  для термостатирования при варьировании коэффициентов ПИ-регулирувания

По полученным зависимостям видно, когда  $T_i$  максимально, то наблюдается только один выброс и через некоторое время кривая достигает заданного значения температуры. Когда время интегрирования  $T_i$  минимально, то возникает колебательный процесс, если увеличивать  $K_c$ , то амплитуда колебаний возрастает и уменьшается их частота и наоборот. В случае  $K_c = 0,1$  и  $T_i = 1$  на начальном участке скорость нагрева ниже, чем во всех остальных комбинациях. В средних значениях диапазонов коэффициентов ПИ-регулирувания зависимость имеет только один выброс и практически повторяет кривую  $K_c = 0,5$  и  $T_i = 1$ .

Результаты обработки экспериментальных кривых представлены в таблице 3. В первом столбце приведены комбинации коэффициентов ПИ-регулирувания, во втором столбце указана заданная температура термостатирования, в третьем с помощью статистической обработки линейного участка получена фактическая температура термостатирования, в четвертом – величина первого выброса, в пятом – время установления, то есть время от первой точки достижения  $100\text{ }^{\circ}\text{C}$  до выхода в режим термостатирования.

Таблица 3 - Параметры экспериментальных кривых ПИ-регулирувания для термостатирования

Коэффициенты $K_c; T_i$	Температура $T_{\text{зад}},\text{ }^{\circ}\text{C}$	Температура $T_{\text{факт}},\text{ }^{\circ}\text{C}$	Выброс $\delta_T,\text{ }^{\circ}\text{C}$	Время $t_{\text{уст}},\text{ с}$	Отклонение $T_{\text{факт}}\text{ от }T_{\text{зад}},\text{ \%}$
1	2	3	4	5	6
0,1; 0,1	100	$100,01 \pm 0,06$	10,8	410	0,01
0,5; 0,1		$100,01 \pm 0,10$	4,4	375	0,01
0,1; 1		$100,07 \pm 0,18$	4,6	275	0,07
0,5; 1		$100,05 \pm 0,06$	5,2	200	0,05
0,3; 0,55		$100,05 \pm 0,06$	6,2	115	0,05

По данным таблицы 3 видно, что разброс значения  $T_{\text{факт}}$  и его отклонение от  $T_{\text{зад}}$  для  $K_c = 0,1$  и  $T_i = 0,1$  минимальны. Величина  $\delta_T$  наименьшая для случаев 0,5; 0,1 и 0,1; 1 (4,4 и 4,6 °C соответственно). Значение  $t_{\text{уст}}$  в центре диапазонов варьирования коэффициентов ПИ-регулирования минимально (115 с). Оптимальными коэффициентами, обеспечивающими минимальное время установления и относительно небольшой первый выброс, являются  $K_c = 0,3$  и  $T_i = 0,55$ .

### 1.2.2 Анализ кривых термостатирования

При оптимальных значениях коэффициентов ПИ-регулирования  $K_c = 3$  и  $T_i = 0,05$  был задан временной профиль нагрева, чтобы скомпенсировать величину первого выброса. Нагрев в диапазоне 20 – 90 °C производился со скоростью примерно 1 °C/с, а в диапазоне 90 – 100 °C со скоростью 0,1 °C/с (рисунок 5). Видно, что при задании временного профиля можно значительно уменьшить первый выброс (1,1 °C) или почти полностью его исключить, если определить наиболее оптимальный профиль нагрева. Также для этого временного профиля были измерены зависимости температуры нагревательного столика от времени при различных температурах термостатирования: 50, 100, 200, 300 и 400 °C (рисунок 6).

Результаты обработки экспериментальных кривых представлены в таблице 4. В первом столбце приведены комбинации коэффициентов ПИ-регулирования, во втором столбце указана заданная температура термостатирования, в третьем с помощью статистической обработки линейного участка получена фактическая температура термостатирования, в четвертом – величина первого выброса, в пятом – время установления, то есть время от первой точки достижения 100 °C до выхода в режим термостатирования.

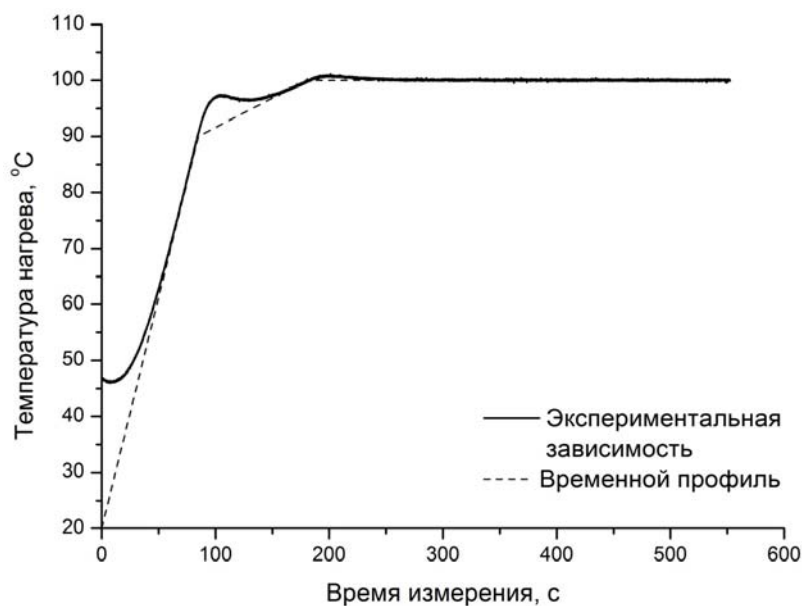


Рисунок 5 – Зависимость  $T(t)$  при заданном временном профиле нагрева

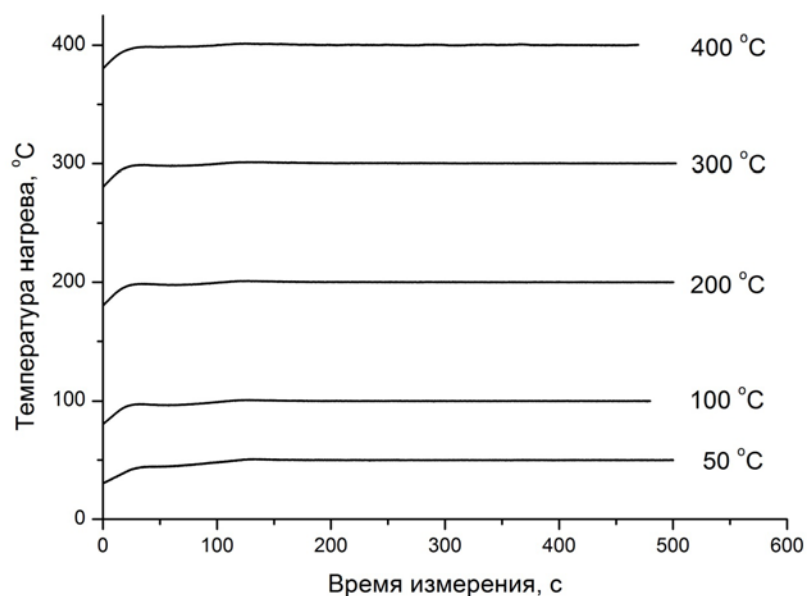


Рисунок 6 - Зависимости  $T(t)$  при варьировании температуры термостатирования

Таблица 4 – Параметры экспериментальных кривых термостатирования

Температура $T_{\text{зад}}, ^\circ\text{C}$	Температура $T_{\text{факт}}, ^\circ\text{C}$	Выброс $\delta_T, ^\circ\text{C}$	Время $t_{\text{уст}}, \text{с}$	Отклонение $T_{\text{факт}}$ от $T_{\text{зад}}, \%$
1	2	3	4	5
50	$50,01 \pm 0,16$	1,0	205	0,02
100	$100,03 \pm 0,12$	1,1	255	0,03
200	$200,08 \pm 0,13$	1,2	355	0,04
300	$300,13 \pm 0,16$	1,3	450	0,04
400	$400,21 \pm 0,22$	1,5	550	0,05

По данным таблицы 4 видно, что разброс значения  $T_{\text{факт}}$  и его отклонение от  $T_{\text{зад}}$  при температурах 50 и 100 °C минимальны. Значения  $\delta_T$  и  $t_{\text{уст}}$  растут с увеличением  $T_{\text{зад}}$ . Таким образом, для режима термостатирования оптимальными являются невысокие температуры.

## 2 ФОТОЛЮМИНЕСЦЕНЦИЯ НИТРИДА АЛЮМИНИЯ

Исследовались образцы монокристаллов AlN. Измерения ФЛ проводились на флуоресцентном спектрометре Perkin Elmer LS55 со специализированной приставкой для низкотемпературных измерений. В качестве источника стимулирующего света использовалась импульсная ксеноновая лампа высокой энергии.

Методика эксперимента заключалась в измерении спектров свечения и возбуждения ФЛ при комнатной (300 K) и температуре жидкого азота (90 K).

### 2.1 Спектры свечения ФЛ

Измеренные спектры свечения ФЛ при возбуждении светом с длиной волны 230 нм представлены на рисунке 7. Видно, что оба спектра характеризуются двумя пиками с максимумами интенсивности в 360 нм и 500 нм. При температуре жидкого азота пик 1 практически не изменяет своей формы и интенсивности (563 о.е и 605 о.е). С другой стороны, интенсивность пика 2 значительно возрастает (с 340 о.е до 884 о.е.) по сравнению с комнатной температурой. Также с изменением температуры происходит смещение максимумов интенсивности ФЛ. Исходя из этого, можно сказать о двух различных механизмах температурного тушения центров свечения. Полученные спектры согласуются со спектрами ФЛ для керамики AlN [4]. Для керамики AlN также наблюдаются два пика с максимумами в 400 нм и 600 нм и наблюдается температурное тушение центров свечения длинноволнового пика с уменьшением температуры. Различие в положении максимумов свечения ФЛ можно объяснить различием структур монокристаллов и керамики AlN.

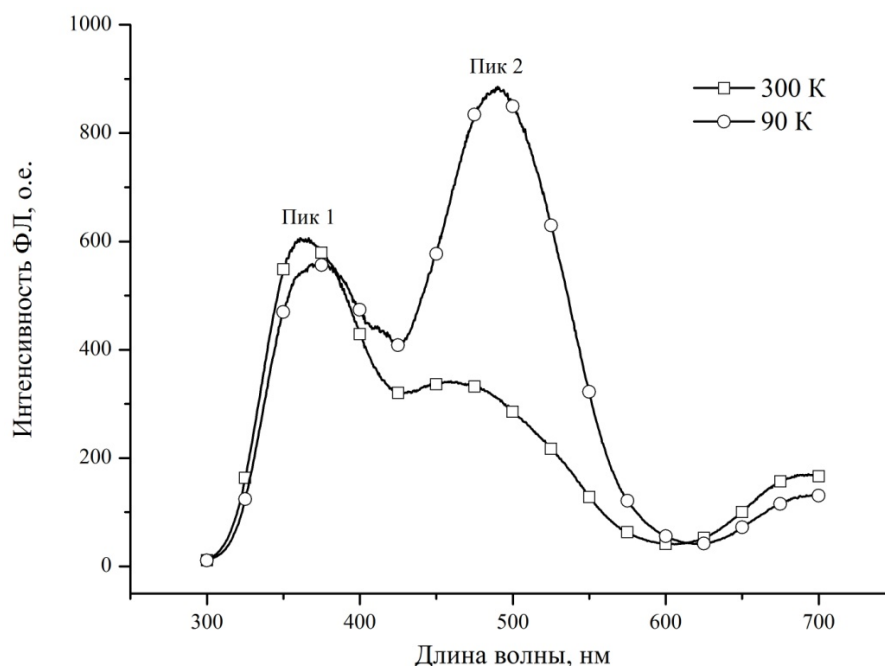


Рисунок 7 - Спектры свечения ФЛ при возбуждении светом с длиной волны 230 нм

## 2.2 Спектры возбуждения ФЛ

На рисунке 8 представлены измеренные спектры возбуждения ФЛ в полосах 360 нм и 500 нм при температуре жидкого азота. Из полученных данных видно, что полосе свечения 360 нм соответствует полоса возбуждения с максимумом в 228 нм, а полосе свечения 500 нм соответствует полоса возбуждения с максимумом в 289 нм. При возбуждении в 500 нм интенсивность свечения ФЛ значительно возрастает (988 о.е.) по сравнению с полосой 360 нм. Оба пика имеют ассиметричную форму, что может быть обусловлено наличием нескольких компонент. Значительная разница в интенсивности пиков может быть связана с различной природой центров свечения.

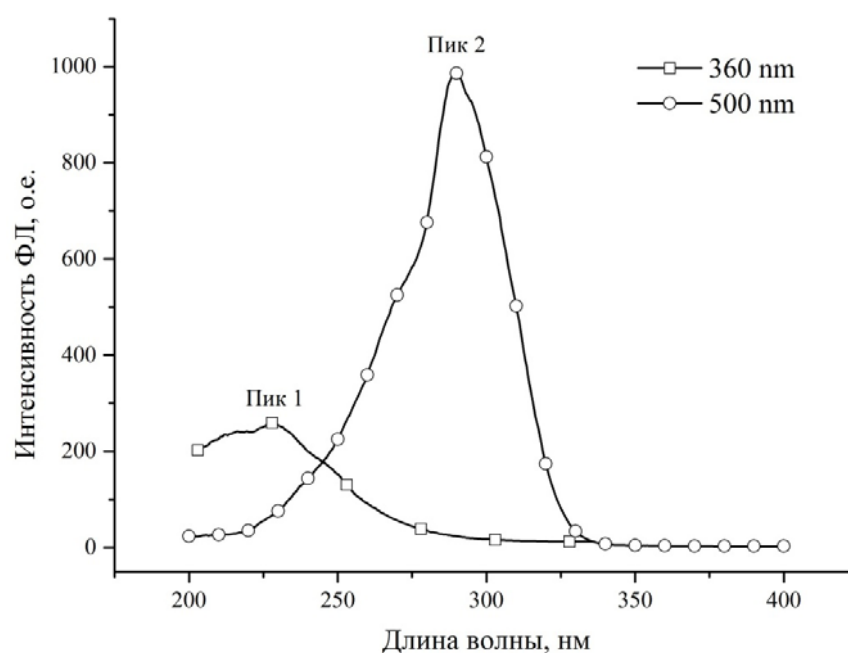


Рисунок 8 - Спектры возбуждения ФЛ в полосах 360 нм и 500 нм при 90 К

## СПИСОК ПУБЛИКАЦИЙ ПО ИТОГАМ ИССЛЕДОВАНИЯ

1. Вохминцев А. С., Минин М. Г., Чайкин Д. В., Вайнштейн И. А. Высокотемпературная приставка для измерения спектральных характеристик термолюминесценции // Приборы и техника эксперимента. 2014 (принята в печать).

2. A. Vokhmintsev, D. Chaykin, D. Spiridonov, Y. Afonin, I. Weinstein. Photoluminescence characterization of AlN nanowhiskers // The 3rd International Scientific-Technical Conference for Young Scientists «Luminescent processes in condensed state of matter». Kharkov, November 18-22, 2013.

3. Вохминцев А.С., Белоусова Е.Ю., Минин М.Г., Чайкин Д.В., Вайнштейн И.А. Виртуальный прибор контроля и управления мощностью источника оптического излучения в линейно-модулированном режиме стимуляции для регистрации интенсивности люминесценции в твердых телах («VI LM-OSL») / Свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ: № 2013618202 от 03.09.2013 г.

4. Вохминцев А.С., Чайкин Д.В., Вайнштейн И.А. Виртуальный прибор контроля и управления температурой нагревательного элемента при измерении люминесценции в твердых телах («VI TemCo») / Свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ: № 2013618253 от 04.09.2013 г.



## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В результате выполнения НИР введен в эксплуатацию программно-аппаратный модуль для исследования термоактивационной люминесценции в широкозонных материалах.

Основные результаты проделанной работы следующие:

- изучены физические и теоретические основы явления ТЛ, а также рассмотрено оборудование для ее исследования;
- разработана и рассчитана нагревательная система в составе: нагревательный элемент, силовой электронный ключ и блок питания;
- на платформе PXI были созданы ВП «ТЛ» в составе: ВПП «Сбор данных и управление температурой», ВПП «Построение графиков и запись данных» и ВПП «Удаленный запуск канала регистрации», которые управляют работой установки для исследования ТЛ и сохраняют экспериментальные данные;
- получены и проанализированы температурные зависимости для режимов линейного нагрева и термостатирования, проведена настройка ПИД-регулятора, подобраны оптимальные коэффициенты ПИ-регулирования;
- обеспечена работа ТЛ-канала в температурном диапазоне 20 – 500 °С в режимах линейного нагрева со скоростями 0,1 – 10 С/с и термостатирования.

Программно-аппаратный модуль для исследования ТЛ-процессов готов к использованию в научных и учебно-исследовательских целях для изучения характеристик люминесценции различных материалов и при решении прикладных задач твердотельной дозиметрии.

Проведено исследование спектров свечения и возбуждения ФЛ при комнатной и температуре жидкого азота на образцах монокристаллов AlN. На спектрах свечения ФЛ при температуре жидкого азота наблюдается увеличение интенсивности максимума в полосе 500 нм (с 340 о.е. до 884 о.е.), что может быть связано с различными механизмами температурного тушения центров свечения. На спектрах возбуждения в полосе 500 нм также наблюдается увеличение интенсивности ФЛ (988 о.е.) по сравнению с полосой 360 нм, что может быть связано с различной природой центров свечения. Полученные экспериментальные результаты согласуются с литературными данными.

## СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

- [1]. Chen R., S.W.S. McKeever. Theory of thermoluminescence and related phenomena / Singapore: World Scientific Publishing, 1997. – 559 p.
- [2]. Taniyasu Y., Kasu M., Makimoto T. An aluminium nitride light-emitting diode with a wavelength of 210 nanometres // Nature. 2006. V. 441. № 7091. P. 325.
- [3]. Trinkler L., Botter-Jensen L., Berzina B. Aluminium nitrate ceramics: a potential UV dosemeter material // Rad. Prot. Dos. 2002. V. 100. No 1-4. P. 313-316.
- [4]. Trinkler L., Berzina B. Luminescence properties of AlN ceramics and its potential application for solid state dosimetry // Advances in Ceramics - Characterization, Raw Materials, Processing, Properties, Degradation and Healing / Croatia: Intech. 2011. Ch 4. P. 61-82.

## ПРИЛОЖЕНИЕ А

Оттиски первых страниц статьи и тезиса

### **Высокотемпературная приставка для измерения спектральных характеристик термолюминесценции**

#### **High temperature accessory for studding the spectral characteristics of thermoluminescence**

Вохминцев А. С., Минин М. Г., Чайкин Д. В., Вайнштейн И. А.

Уральский федеральный университет, НОЦ «Наноматериалы и нанотехнологии»

620002, Россия, Екатеринбург, ул. Мира 19

Разработана высокотемпературная приставка для серийного флуоресцентного спектрометра, позволяющая проводить люминесцентные исследования твердых образцов в диапазоне до 773 К. Реализованы режимы линейного нагрева со скоростями 0.1 – 10 К/с, термостатирования с погрешностью  $\delta T_{\text{СТ}} < 0.5$  К и произвольного температурно-временного профиля. С использованием созданного модуля продемонстрировано расширение стандартного функционала спектрометра Perkin Elmer LS55 в области высоких температур на примере исследования спектрально-кинетических закономерностей термолюминесценции гексагонального нитрида бора.

### ВВЕДЕНИЕ

Одним из экспериментальных методов исследования фундаментальных свойств радиационных дефектов и спектрально-кинетических закономерностей радиационно-стимулированных процессов в облученных материалах является термолюминесценция (ТЛ) [1]. Различные методики ТЛ нашли свое практическое применение в археологическом и геологическом датировании, реализованы в коммерческих системах индивидуального дозиметрического контроля (Harshaw TLD [2], Riso TL/OSL-DA-20 [3], САПФИР-001 [4] и др.) и решают многие задачи твердотельной дозиметрии ионизирующих излучений [1].

При регистрации ТЛ сигнала в минералах, модельных средах или облученных материалах с целью оценки поглощенной дозы, как правило, используются широко- и

## Photoluminescence characterization of AlN nanowhiskers

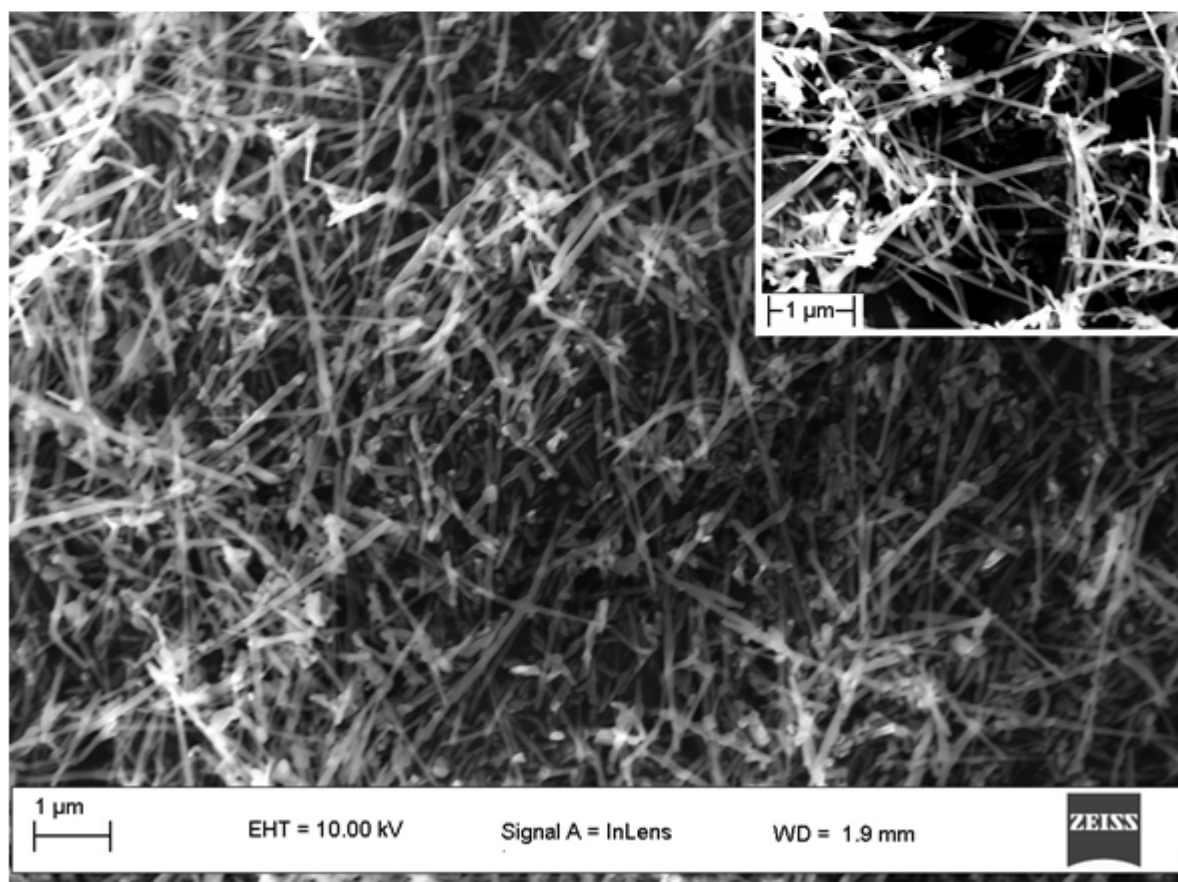
A. Vokhmintsev, D. CHAYKIN, D. Spiridonov, Y. Afonin, I. WEINSTEIN

Ural Federal University, NANOTECH Centre,  
Mira street, 19, Yekaterinburg, Russia, 620002

[a.s.vokhmintsev@ustu.ru](mailto:a.s.vokhmintsev@ustu.ru)

Filamentary nanostructures or whiskers of aluminum nitride (AlN) are considered to be perspective material for nanofibers, nanodetectors, chemical and biological sensors [1 – 3]. Local surface imperfections and complexes of point defects formed during the synthesis process influence greatly on electric, physical and luminescent properties of material. Thus the goal of the present work is investigation of photoluminescent (PL) properties of aluminum nitride nanowhiskers at room temperature.

Whiskers under study were synthesized by treatment of heated Al with gaseous halides of aluminum and nitrogen-containing gases, whereas condensation took place on AlN polycrystalline substrate [4]. Obtained specimens were analyzed by scanning electron microscopy method using SEM Sigma VP Carl Zeiss. Average AlN whisker diameter was  $\approx 50 - 100$  nm, and length/diameter ratio was over 100 (see Fig. 1).



**Figure 1** SEM image of AlN nanowhiskers



## ПРИЛОЖЕНИЕ Б

Свидетельства о государственной регистрации программ для ЭВМ

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



# СВИДЕТЕЛЬСТВО

о государственной регистрации программы для ЭВМ

№ 2013618202

**Виртуальный прибор контроля и управления мощностью  
источника оптического излучения в линейно-модулированном  
режиме стимуляции для регистрации интенсивности  
люминесценции в твердых телах («VI LM-OSL»)**

Правообладатель: *Федеральное государственное автономное  
образовательное учреждение высшего профессионального  
образования «Уральский федеральный университет имени  
первого Президента России Б.Н.Ельцина» (RU)*

Авторы: *см. на обороте*



Заявка № 2013615771

Дата поступления 09 июля 2013 г.

Дата государственной регистрации

в Реестре программ для ЭВМ 03 сентября 2013 г.

Руководитель Федеральной службы  
по интеллектуальной собственности

Б.П. Симонов



# РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



## СВИДЕТЕЛЬСТВО

о государственной регистрации программы для ЭВМ

№ 2013618253

**Виртуальный прибор для контроля и управления температурой нагревательного элемента при измерении люминесценции в твердых телах («VI TemCo»)**

Правообладатель: *Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н.Ельцина» (RU)*

Авторы: *Вохминцев Александр Сергеевич (RU), Чайкин Дмитрий Витальевич (RU), Вайништейн Илья Александрович (RU)*

Заявка № 2013615776

Дата поступления 09 июля 2013 г.

Дата государственной регистрации

в Реестре программ для ЭВМ 04 сентября 2013 г.



Руководитель Федеральной службы  
по интеллектуальной собственности

Б.П. Симонов